

(31)

55

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 06-039259

(43)Date of publication of application : 15.02.1994

(51)Int.Cl.

B01F 3/08

B01F 5/06

(21)Application number : 05-069325

(71)Applicant : KANEGAFUCHI CHEM IND CO LTD

(22)Date of filing : 03.03.1993

(72)Inventor : SUZUKI KANICHI

KATO SHOICHI

HASHIMOTO SHINICHI

(30)Priority

Priority number : 04 83334 Priority date : 04.03.1992 Priority country : JP

(54) PRODUCTION OF EMULSIFIED FAT AND OIL COMPOSITION

(57)Abstract:

PURPOSE: To obtain an emulsified fat and oil composition having uniform particle diameter, free from the separation between water phase and oil phase or the sanitary problem due to the distribution of particle diameter and having excellent physical property, feeling of food and taste.

CONSTITUTION: The emulsified fat and oil composition having average particle diameter of 1-20 times as large as the pore diameter of a porous membrane having uniform pore diameter is previously prepared and the emulsified fat and oil composition is remulsified by passing through the porous membrane having uniform pore diameter.

## LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 31.07.1995

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number] 2768205

[Date of registration] 10.04.1998

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's]

(19)日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号

特開平6-39259

(43)公開日 平成6年(1994)2月15日

(51)Int.Cl. <sup>5</sup>	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
B 0 1 F 3/08 5/06	A			

審査請求 未請求 請求項の数5(全11頁)

(21)出願番号	特願平5-69325	(71)出願人	000000941 鐘淵化学工業株式会社 大阪府大阪市北区中之島3丁目2番4号
(22)出願日	平成5年(1993)3月3日	(72)発明者	鈴木 寛一 広島県東広島市西条町吉行182-68
(31)優先権主張番号	特願平4-83334	(72)発明者	加藤 正一 兵庫県明石市二見町西二見157-100
(32)優先日	平4(1992)3月4日	(72)発明者	橋本 慎一 兵庫県神戸市垂水区星が丘3丁目4番17-401号
(33)優先権主張国	日本(JP)	(74)代理人	弁理士 柳野 隆生

(54)【発明の名称】 乳化油脂組成物の製造方法

(57)【要約】

【目的】 粒子径が均一で、粒子径の分布に起因する水相および油相の分離や衛生上の問題等がなく、従来にな  
い物性、食感、風味を有する乳化油脂組成物を得るこ  
と。

【構成】 均一な孔径を有する多孔質膜の孔径に対し  
て、1～20倍の平均粒子径を有する乳化油脂組成物を  
予め作成し、該乳化油脂組成物を前記均一な孔径を有す  
る多孔質膜に通過させることで再乳化する。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 均一な孔径を有する多孔質膜の孔径に対して、1～20倍の平均粒子径を有する乳化油脂組成物を予め作成し、該乳化油脂組成物を前記均一な孔径を有する多孔質膜に通過させることで再乳化することを特徴とする乳化油脂組成物の製造方法。

【請求項2】 多孔質膜に通過させて得られる乳化油脂組成物の平均粒子径が多孔質膜の孔径の1～3倍であることを特徴とする請求項1記載の乳化油脂組成物の製造方法。

【請求項3】 内相を水、外相を油とした油中水型乳化油脂組成物を予め作成し、多孔質膜に通過させることにより再乳化する請求項1記載の油中水型乳化油脂組成物の製造方法。

【請求項4】 内相を油、外相を水とした水中油型乳化油脂組成物を予め作成し、多孔質膜に通過させることにより再乳化する請求項1記載の水中油型乳化油脂組成物の製造方法。

【請求項5】 請求項3項または請求項4項の乳化油脂組成物の製造方法において、予め作成される乳化油脂組成物の水相部に添加される乳化剤のHLBが10.0以上であることを特徴とする乳化油脂組成物の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は、油中水型乳化油脂組成物（以下、「W/O型エマルジョン」という。）または水中油型乳化油脂組成物（以下、「O/W型エマルジョン」という。）等の乳化油脂組成物の新規な製造方法に関し、更に詳しくは、粒子径分布幅が狭く非常に均一な粒子径を有するエマルジョンを製造する方法に関するものである。

【0002】

【従来の技術】 エマルジョンは、その構造上、油中水型（以下、「W/O型」という。）、および水中油型（以下、「O/W型」という。）に大別される。前者は、食感、風味の面で良好なことからホイップクリーム等に利用されるとともに、製菓、製パン用改良剤としても利用されている。また、後者は、マーガリンに代表されるように、製菓、製パン用、調理用、スプレッド用等として多方面で幅広く利用されている。

【0003】 今日、上記のようなエマルジョンを作成する場合、油相あるいは水相に界面活性剤（以下、「乳化剤」という。）を添加するとともに、攪拌機、ホモゲナイザー等により剪断応力を加えている。更には、目的に応じた粒子径を有するエマルジョン製品を得るべく水相や油相に添加する乳化剤の種類や添加量の組み合わせ、剪断応力の強弱によりエマルジョンの粒子径をコントロールしている。

【0004】 このエマルジョンの粒子径が、ホイップクリームやマーガリン等の食感、風味、物性に大きく影響

を及ぼすことはよく知られており、目的とする機能を得るために敢てエマルジョン粒子径をコントロールする場合もある。しかしながら、食感、風味と乳化安定性との間には互いに相反する関係があり、例えば、ある一定の呈味物質を水相に添加したW/O型エマルジョンの場合、粒子径の大きいエマルジョンは粒子径の小さいエマルジョンに比べて格段においしく、ライト（軽い）な食感が得られるものの、乳化性の面で見ると粒子径の小さいエマルジョンに比べて水相部分の分離等安定性に欠け、カビの発生など衛生的欠点が生じることとなる。また逆に、粒子径の小さいエマルジョンは粒子径の大きなエマルジョンに比べて安定的であるが、味が出にくく、油っぽい食感となってしまう。

【0005】 一方、上記のような食感あるいは安定性とは異なった観点から粒子径を非常に小さくすることも今日数多くなされている。例えば、W/O型エマルジョンにおいては、最近の食生活の健康食品への傾斜から低カロリー化（低油分化）のために内相の水分量を多くする必要があり、この場合には、多量の水分を閉じ込めるべく高圧ホモゲナイザー等により微細粒子のエマルジョンを作成している。しかしながら、高圧ホモゲナイザー等により微細化されたエマルジョンは、その粒子分布幅は非常に狭いものの一方的に粒子を小さくするだけで均一な粒子径にコントロールすることは難しく、また、内相の体積分率の増加に伴って急激な粘性の上昇等が見られ、製造過程における作業性の困難さが発生する。本発明者らは、エマルジョンの製造に通常使用される攪拌機やホモゲナイザー等を解析し、かかる剪断応力の供与ではエマルジョン粒子の分布幅が広く安定性に欠けることを確認した。また、強力な乳化安定性を有するように設計された乳化剤であるポリグリセリン脂肪酸エステルを使用した場合、乳化安定性は向上し、エマルジョン粒子の分布幅もやや均一になるものの、内相の体積分率の増加に伴う急激なエマルジョン粘度の上昇および乳化剤臭の発生が確認された。

【0006】 このように、W/O型エマルジョンであれ、O/W型エマルジョンであれ、エマルジョンの粒子径をコントロールすることは種々の機能を持たせる上で重要であるが、従来の乳化剤の添加や剪断応力の供与による方法では必ずその粒子径分布に幅が出来、任意の粒子径を安定的にしかも均一にコントロールすることは困難である。しかしながら、エマルジョンの粒子径を任意にコントロールすることの意義、要求は非常に大である。

【0007】

【考案が解決しようとする課題】 このような問題点を克服するため、近年、エマルジョンの乳化技術への応用として膜の利用が考えられている。この膜の利用は分離、濃縮、濾過等の分野での研究、開発、応用が盛んに行なわれていたが、食品への応用は最近のことであり、多孔

質ガラス膜を用いてなるエマルションの製造方法（特開平2-95433号）もその一例である。この多孔質ガラス膜はホモゲナイザーのような高圧を必要とせず、簡単にしかも非常に均一なエマルションを作成することが出来、従来になく画期的な乳化方法と言える。

【0008】しかしながら、マーガリン（O/W型）やホイップクリーム（W/O型）等に代表される食用加工用の乳化油脂組成物への応用では、使用される乳化剤の種類や油の種類、あるいは添加物の種類によって膜のぬれ具合、膜抵抗、粘性等が全く異なり、分散相（内相）を連続相（外相）中にうまく圧入出来なかつたりして、乳化安定性が悪いエマルションとなってしまう。例えば、レシチンのような非常に粘り気のある乳化剤は、乳化剤自身が多孔質膜の壁面に付着し、そのため目づまりを起こし液が全く通過しない。このため、乳化剤の種類が限定される。また、O/W型エマルションのような外相が水である系では、多孔質膜そのものの電気的性質から水側にイオン性の乳化剤あるいは添加物を添加する必要がある。従って、今日一般的に多々使用されている乳化油脂組成物用の主副原料を用いては、非常に限られた範囲での利用しか出来ず、上記のような食品加工用の乳化油脂組成物にはあまり応用出来ない。

【0009】

【課題を解決するための手段】そこで本発明者らは、かかる実情に鑑み、上記多孔質膜の長所、利点を食品加工用エマルションに応用出来ないかと考え、W/O型エマルションおよびO/W型エマルションの乳化方法とエマルション粒子との関係について物理化学的、化学工学的に鋭意研究した結果、エマルションの作成方法として、予め予備乳化されたエマルションに対して更に多孔質膜を応用することにより、安定で、かつ非常に均一な分布を有するエマルションを任意の粒子径にコントロール出来ることを知見し本発明を完成させた。

【0010】すなわち、本発明者らは、エマルションの乳化安定性、物性、食感、風味、および乳化剤の種類、添加量等について種々研究を進めた結果、エマルション粒子の大きさ、分布幅、数、粘度および内相、外相の粘度、表面張力が大きな要因であることの知見した。本発明はかかる知見に基づいて為されたものである。

【0011】そして本発明は、W/O型エマルションまたはO/W型エマルションを、その平均粒子径が多孔質膜の孔径より1~20倍の大きさになるように、一般的によく用いられる攪拌型の乳化機、例えばケミスターあるいはホモミキサー等を使用して予備乳化したのち、これを多孔質膜に通過させることで再乳化して均一な粒子径を有するエマルションを製造する方法を内容とするものであって、これにより、物性、食感、風味が任意にコントロールされ、かつ、乳化安定性に優れたエマルションを製造しうるのである。

【0012】ここで、前記エマルションの平均粒子径と

は、顕微鏡にてエマルションの粒子を撮影し、撮影された写真により、粒子径を計測して求めた平均粒子径の値という。本発明において、多孔質膜を利用して再乳化するとは、多孔質膜の孔径より大きなエマルションが、該多孔質膜内で細分化されることであり、従って、多孔質膜の孔径より若干大きめの乳化エマルションの作成がポイントとなる。本発明では、ケミスター等の乳化機で乳化され、上記の測定方法で得られた平均粒子径が多孔質膜の孔径に対して1~20倍であるエマルションを該多孔質膜に通過させることで、分布幅の均一なエマルションを得ることができる。

【0013】前記の場合、多孔質膜を通過する段階でのエマルション粒子の状態は、多孔質膜の孔径より大きなエマルションはその形状が球形から楕円形あるいは細長い形に変形する。従って、この変形状態からエマルションのスムーズな細分化、界面の形成が必要である。これらはエマルションの外相と多孔質膜との界面張力、通過する時点でエマルションが受ける剪断力と流動特性の関係等によって決定される。ここで、界面張力の調整については、乳化剤の機能について検討することにより最適なものが選択できる。一方、流動特性については、エマルションの平均粒子径が大きくなるにつれてその粒径分布幅も広くなり、流動特性は非ニュートン性が大きくなる。従って、剪断応力に対する流動特性の変化率も大きく、剪断応力による影響が大きくなる。このようなことから、多孔質膜を通過する際のエマルション粒子の安定性については、多孔質膜の孔径と剪断応力、流動特性の関係について考慮する必要がある。このような観点から、多孔質膜の孔径の20倍以上の粒子径を有するエマルションは、剪断応力に対する流動特性の変化率が大きく、従って、微妙な剪断応力の変化に対して定常的に多孔質膜内を通過することができない。そして、20倍以上の平均粒子径を有するエマルションについては、受けた剪断応力下で多孔質膜内を通過する際、粒子の移動がはやくより複雑で、そのため粒子の変形が余りにも激しくなると、界面膜の形成よりエマルションの破壊が主となり、均一なエマルションが得られないばかりか、油相と水相が分離した状態のエマルションになってしまう。この点、本発明における多孔質膜の孔径の1~20倍の平均粒子径を有するエマルションについては、微妙な剪断応力の変化に対して定常的に多孔質膜内を通過することができ、したがってエマルションのスムーズな細分化が起こり、エマルションを多孔質膜に通過させることも簡単で、また、得られるエマルションも均一な分布を有するのである。

【0014】本発明に用いられる油脂は、特に制限されず、従来からエマルション製造用に用いられている動植物油、動食物硬化油、分別油、ウムエス油等が適宜用いられる。更にエマルションの稠度によっては、これらの油脂を硬化、あるいは分別したり、更には各種配合した

りする。

【0015】油相に添加する乳化剤についても特に制限はなく、一般的に使用されるグリセリン脂肪酸エステル、ショ糖脂肪酸エステル、ソルビタン脂肪酸エステル、プロピレングリコール脂肪酸エステル、ポリグリセリン脂肪酸エステル、ポリグリセリン縮合リノレイン酸エステル、レシチン等が単独で、または2種以上を混合して用いられる。この乳化剤の添加量は、0.1%以上であれば特に制限はないが、乳化剤の濃度が余りにも少なすぎるとエマルションの分離が早くなり、安定性に問題がある。

【0016】また、水相に添加する乳化剤としては、ショ糖脂肪酸エステル、ソルビタン脂肪酸エステル、ポリグリセリン脂肪酸エステル、レシチン等であって、かつ、そのHLB (Hydrophilic Lipophilic Balance)が8.0以上、好ましくは10.0以上のものを単独で、または2種以上混合して用いる。この場合にも添加量については特に制限はなく0.1%以上であればよいが、乳化剤濃度が余りにも低すぎるとやはりエマルションの分離が早くなり、安定性に問題がある。

【0017】W/O型エマルションにおける水分/油分の比率、あるいはO/W型エマルションにおける油分/水分の比率は特に制限されるものではないが、良好なエマルション状態を得るためには、W/O型エマルション、O/W型エマルションともに水分/油分、油分/水分の比率が5/5以上、好ましくは4/6以上がよい。

【0018】次に、本発明による乳化油脂組成物の具体的な製造方法であるが、まず、W/O型エマルションの場合であれば、乳化剤、香料等を添加した油相を容器に入れ、これを例えばホモミキサーのような攪拌機にセットし、攪拌しながら60~70℃で加熱溶解する。次に所定量の水相部分を徐々に添加し、60~70℃で一定になるように温調しながら10分以上攪拌して予備乳化する。この予備乳化に際しての攪拌の程度は、得られるエマルションの粒子径が再乳化の際に用いる多孔質膜の孔径に対して1~20倍の大きさになるようにする。

【0019】次いで、前記予備乳化の際にエマルションに取り込まれた空気を除去するために脱気を行なう。この場合の脱気操作は静置または真空のいずれでもよく、また、脱気時間は10分あれば十分である。

【0020】かかる操作の後、予備乳化されたエマルションを目的とする温度に温調する。温調する温度は、最終的に得ようとするエマルションの製品温度であり、目的に応じて任意に選択する。

【0021】次に上記のようにして予備乳化および脱気されたエマルションを、外相が油相(W/O型)の場合は油で、また、外相が水相(O/W型)の場合は水で予めぬらされた多孔質膜にN<sub>2</sub>ガス等の気体またはポンプ等、あるいは両者を併用して定量的に通過させる。ここでいう多孔質膜としては、エマルションの安定性あるい

は操作性等を考えると管状あるいは板状のものが望ましいが、同等の効果をえられる多孔質膜であればこれに限らない。また、多孔質膜内のエマルションの通過速度を詳細に把握することは至難であるが、本発明では、(処理量/時間)を平均通過速度とする。この平均通過速度が10cc/分~5000cc/分で目的とする粒子径を有したエマルションが得られる。この場合、エマルションの安定性を高めるためには平均通過速度を速くして通過圧力を高くすることが望ましい。一方、得られるエマルションの粒子径は、多孔質膜の孔径に関係し、該孔径の1~3倍の平均粒子径にコントロールされる。よって、小さな平均粒子径を有したエマルションを得るには、孔径の小さな多孔質膜を選択し平均通過速度を遅くする方が望ましい。因みに、先願発明(特開平2-95433号に記載の発明)では、多孔質膜と外相との関係から、多孔質膜の孔径に対して、作成されるエマルションの粒子径は、理論上、3.25倍程度になるとされている。つまり、この先願方法では、平均粒径1μmのエマルションを得ようとする、孔径が0.3μm以下の多孔質膜を選択しなければならない。ところが、実際には孔径0.3μm以下の多孔質膜を作成することは非常に困難であり(先願発明に用いられる多孔質ガラス膜では0.3μmが限度といわれている)この方法では1μm以下の粒子径のエマルションは作成できないこととなる。これに対し、本発明の再乳化の方法では、得られるエマルションの粒子径は、多孔質膜の孔径の2~2.5倍にしかならず、目的とするエマルションの粒子径に対して、選択する多孔質膜の孔径に幅を持たせることができる。

#### 【0022】

【実施例】以下、本発明を実施例、比較例に基づいて更に詳細に説明するが、本発明は、これらにより制限されるものではない。尚、実施例、比較例に示される「部」および「%」は、いずれも重量基準である。

【0023】尚、評価項目および方法は下記のとおりである。

粒子径分布：エマルションをスライドガラス上の試料台(5.0×5.0×0.15mm)に数滴取り、OLYMPUS BH-2型微分干渉顕微鏡にて、200~400倍の倍率で粒子を撮影した。撮影された写真により、DIGITIZER (KW4300:GRAPHTEC. CORP)を用いて粒子径を測定し、粒径分布および平均粒径(D<sub>av</sub>)を求めた。

乳化安定性：エマルションを200ccのメスシリンダーに取り、20℃あるいは35℃の環境に放置して油、または、水の分離量(cc)を測定した。

#### 【0024】実施例1 (O/W型エマルション)

(油相の調整)とうもろこし油50部を60℃に加熱し、ケミスターラー(TOKYO RIKAKIKAI CO., LTD製; B-100型)で攪拌(620r

p m) しながら、これにポリグリセリン縮合リシノレイン酸エステル (品名: SYグリスター, CR-500: 坂本薬品工業 (株) 製) を2.0%添加溶解した。溶解終了後、油相の温度を20℃にすべく温調した。

(水相の調整) 水50部を60℃に加熱し、ケミスターラーで攪拌 (620rpm) しながらHLB=10のポリグリセリン脂肪酸エステル (品名: SYグリスター, TS-750: 坂本薬品工業 (株) 製) を2.0%添加溶解した。溶解終了後、水相の温度を20℃にすべく温調した。

(予備乳化O/W型エマルションの調整) 前記のようにして調整された水相部に、油相部を徐々に添加し、ケミ

スターラーで20分間攪拌 (620rpm) する。攪拌終了後、10分間静置して脱気を行なう。

(O/W型エマルションの作成) 予備乳化されたO/W型エマルションを内径9.0mm、外径10.0mm、長さ100.0mm、平均孔径 $d_p=2.70\mu\text{m}$ 、の多孔質膜に350cc/10分の平均通過速度で通過させて再乳化し、O/W型エマルションを得た。得られたエマルションの粒径測定結果を表1に、乳化安定性を図1に、また粒径分布を図2に示す。

【0025】

【表1】

粒径 (平均) 測定結果

	(A) 多孔質膜径 ( $\mu\text{m}$ )	(B) 予備乳化エマルション の平均粒径 ( $\mu\text{m}$ )	(C) エマルションの 平均粒径 ( $\mu\text{m}$ )	(B)/(A)	(C)/(A)
実施例1	2.70	19.6	5.5	7.26	2.04
比較例1	—	—	19.6	—	—
実施例2	5.30	11.8	10.2	2.23	1.92
比較例2	—	—	11.8	—	—
実施例3	0.53	6.0	1.2	11.32	2.26
比較例3	—	—	6.0	—	—
実施例4	1.08	9.0	2.9	8.33	2.69
比較例4	—	—	9.0	—	—
実施例5	4.20	25.5	8.9	6.07	2.12
比較例5	—	—	25.5	—	—

【0026】比較例1 (O/W型エマルション)

(油相の調整) とうもろこし油50部を60℃に加熱し、ケミスターラーで攪拌 (620rpm) しながら、これにポリグリセリン縮合リシノレイン酸エステル (品名: SYグリスター, CR-500: 坂本薬品工業 (株) 製) を2.0%添加溶解した。溶解終了後、油相の温度を20℃にすべく温調した。

(水相の調整) 水50部を60℃に加熱し、ケミスターラーで攪拌 (620rpm) しながらHLB=10のポリグリセリン脂肪酸エステル (品名: SYグリスター, TS-750: 坂本薬品工業 (株) 製) を2.0%添加溶解した。溶解終了後、油相の温度を20℃にすべく温調した。

(O/W型エマルションの作成) 前記のように調整された水相部に、油相部を徐々に添加し、ケミスターラーで

20分間攪拌 (620rpm) する。攪拌終了後、10分間静置して脱気を行ない、O/W型エマルションを得た。得られたエマルションの粒子径測定結果を表1に、乳化安定性を図1に、また粒子径分布を図2に示す。

【0027】実施例2 (W/O型エマルション)

(油相の調整) 大豆油80部を60℃に加熱し、ホモミキサー (特殊機化工業 (株) 製: TKオートホモミクサー) で攪拌 (3000rpm) しながら、これにポリグリセリン縮合リシノレイン酸エステル (品名: SYグリスター, CR-500: 坂本薬品工業 (株) 製) を2.0%添加溶解した。溶解終了後、油相の温度を20℃にすべく温調した。

(水相の調整) 水20部を60℃に加熱し、ケミスターラーで攪拌 (620rpm) しながらHLB=15のポリグリセリン脂肪酸エステル (品名: SYグリスター,

ML-750：坂本薬品工業（株）製）を1.0%添加溶解した。溶解終了後、水相の温度を20℃にすべく温調した。

（予備乳化W/O型エマルジョンの調整）前記のように調整された油相部に、水相部を徐々に添加し、ホモミキサーで10分間攪拌（3000rpm）する。攪拌終了後、10分間静置して脱気を行なう。

（W/O型エマルジョンの作成）上記のようにして予備乳化されたW/O型エマルジョンを内径9.0mm、外径10.0mm、長さ100.0mm、平均孔径 $d_p=5.30\mu\text{m}$ 、の多孔質膜に350cc/10分の平均通過速度で通過させて再乳化し、W/O型エマルジョンを得た。このエマルジョンの粒径測定結果を表1に、乳化安定性を図1に、また粒径分布を図3に示す。

#### 【0028】比較例2（W/O型エマルジョン）

（油相の調整）大豆油80部を60℃に加熱し、ホモミキサーで攪拌（3000rpm）しながら、これにポリグリセリン縮合リシノレイン酸エステル（品名：SYグリスター，CR-500：坂本薬品工業（株）製）を2.0%添加溶解した。溶解終了後、油相の温度を20℃にすべく温調した。

（水相の調整）水20部を60℃に加熱し、ケミスターレーで攪拌（620rpm）しながらHLB=15のポリグリセリン脂肪酸エステル（品名：SYグリスター，ML-750：坂本薬品工業（株）製）を1.0%添加溶解した。溶解終了後、水相の温度を20℃にすべく温調した。

（W/O型エマルジョンの作成）前記のように調整された油相部に、水相部を徐々に添加し、ホモミキサーで10分間攪拌（3000rpm）する。攪拌終了後、10分間静置して脱気を行ない、W/O型エマルジョンを得た。このエマルジョンの粒径測定結果を表1に、乳化安定性を図1に、また粒径分布を図3に示す。

#### 【0029】実施例3（W/O型エマルジョン）

（油相の調整）パーム油（M. P. =34.7℃）60部を70℃に加熱し、ホモミキサーで攪拌（5000rpm）しながら、これにポリグリセリン縮合リシノレイン酸エステル（品名：SYグリスター，CR-310：坂本薬品工業（株）製）を3.0%添加溶解した。溶解終了後、油相の温度を60℃にすべく温調した。

（水相の調整）水40部を70℃に加熱し、ホモミキサーで攪拌（3000rpm）しながらHLB=16のショ糖脂肪酸エステル（品名：DKエステル，F-160：第一工業製薬（株）製）を0.5%添加溶解した。溶解終了後、水相の温度を60℃にすべく温調した。

（予備乳化W/O型エマルジョンの調整）前記のようにして調整された油相部に、水相部を徐々に添加し、ホモミキサーで10分間攪拌（5000rpm）する。攪拌終了後、60℃に調温しながら10分間静置して脱気を行なう。

（W/O型エマルジョンの作成）上記のようにして予備乳化されたW/O型エマルジョンを、予めジャケットで60℃に温調された内径9.0mm、外径10.0mm、長さ100.0mm、平均孔径 $d_p=0.53\mu\text{m}$ の多孔質膜に350cc/30分の平均通過速度で通過させて再乳化し、W/O型エマルジョンを得た。このエマルジョンの粒径測定結果を表1に、乳化安定性を図1に、また粒径分布を図4に示す。

#### 【0030】比較例3（W/O型エマルジョン）

（油相の調整）パーム油（M. P. =34.7℃）60部を70℃に加熱し、ホモミキサーで攪拌（5000rpm）しながら、これにポリグリセリン縮合リシノレイン酸エステル（品名：SYグリスター，CR-310：坂本薬品工業（株）製）を3.0%添加溶解した。溶解終了後、油相の温度を60℃にすべく温調した。

（水相の調整）水40部を70℃に加熱し、ホモミキサーで攪拌（3000rpm）しながらHLB=16のショ糖脂肪酸エステル（品名：DKエステル，F-160：第一工業製薬（株）製）を0.5%添加溶解した。溶解終了後、水相の温度を60℃にすべく温調した。

（W/O型エマルジョンの作成）前記のようにして調整された油相部に、水相部を徐々に添加し、ホモミキサーで10分間攪拌（5000rpm）する。攪拌終了後、60℃に調温しながら10分間静置して脱気を行ない、W/O型エマルジョンを得た。このエマルジョンの粒径測定結果を表1に、乳化安定性を図1に、また粒径分布を図4に示す。

#### 【0031】実施例4（O/W型エマルジョン）

（油相の調整）なたね油30部を60℃に加熱し、ホモミキサーで攪拌（3000rpm）しながら、これにポリグリセリン縮合リシノレイン酸エステル（品名：SYグリスター，CR-310：坂本薬品工業（株）製）を1.0%添加溶解した。溶解終了後、油相の温度を20℃にすべく温調した。

（水相の調整）水70部を60℃に加熱し、ケミスターレーで攪拌（620rpm）しながらHLB=11のポリグリセリン脂肪酸エステル（品名：SYグリスター，MO-500：坂本薬品工業（株）製）を2.0%添加溶解した。溶解終了後、水相の温度を20℃にすべく温調した。

（予備乳化O/W型エマルジョンの調整）前記のようにして調整された水相部に、油相部を徐々に添加し、ホモミキサーで10分間攪拌（3000rpm）する。攪拌終了後、10分間真空にて脱気を行なう。

（O/W型エマルジョンの作成）予備乳化されたW/O型エマルジョンを、内径9.0mm、外径10.0mm、長さ100.0mm、平均孔径 $d_p=1.08\mu\text{m}$ の多孔質膜に300cc/20分の平均通過速度で通過させて再乳化し、O/W型エマルジョンを得た。このエマルジョンの粒径測定結果を表1に、乳化安定性を図1

に、また粒径分布を図5に示す。

【0032】比較例4 (O/W型エマルジョン)

(油相の調整) たね油30部を60℃に加熱し、ホモミキサーで攪拌(3000rpm)しながら、これにポリグリセリン縮合リシノレイン酸エステル(品名:SYグリスター, CR-310:坂本薬品工業(株)製)を1.0%添加溶解した。溶解終了後、油相の温度を20℃にすべく温調した。

(水相の調整) 水70部を60℃に加熱し、ケミスターラーで攪拌(620rpm)しながらHLB=11のポリグリセリン脂肪酸エステル(品名:SYグリスター, MO-500:坂本薬品工業(株)製)を2.0%添加溶解した。溶解終了後、水相の温度を20℃にすべく温調した。

(O/W型エマルジョンの調整) 前記のようにして調整された水相部に、油相部を徐々に添加し、ホモミキサーで10分間攪拌(3000rpm)する。攪拌終了後、10分間真空にて脱気を行ない、O/W型エマルジョンを得た。このエマルジョンの粒径測定結果を表1に、乳化安定性を図1に、また粒径分布を図5に示す。

【0033】実施例5 (W/O型エマルジョン)

(油相の調整) パーム分別U油70部を60℃に加熱し、ケミスターラーで攪拌(620rpm)しながら、これにレシチン(味の素(株)製)を1.0%、グリセリン脂肪酸エステル(品名:エマルジーMS:理研ビタミン(株)製)を0.5%添加溶解した。溶解終了後、油相の温度を20℃にすべく温調した。

(水相の調整) 水30部を60℃に加熱し、ケミスターラーで攪拌(620rpm)しながらHLB=11のポリグリセリン脂肪酸エステル(品名:SYグリスター, TS-750:坂本薬品工業(株)製)を1.0%添加溶解した。溶解終了後、水相の温度を20℃にすべく温調した。

(予備乳化W/O型エマルジョンの調整) 前記のようにして調整された油相部に、水相部を徐々に添加し、ホモミキサーで10分間攪拌(3000rpm)する。攪拌終了後、10分間真空にて脱気を行なう。

(W/O型エマルジョンの作成) 予備乳化されたW/O型エマルジョンを、内径9.0mm、外径10.0mm、長さ100.0mm、平均孔径 $d_p=4.20\mu\text{m}$ の多孔質膜に300cc/30分の平均通過速度で通過させて再乳化し、O/W型エマルジョンを得た。このエマルジョンの粒径測定結果を表1に、乳化安定性を図1に、粒径分布を図6に示す。

【0034】比較例5 (W/O型エマルジョン)

(油相の調整) パーム分別U油70部を60℃に加熱し、ケミスターラーで攪拌(620rpm)しながら、これにレシチン(味の素(株)製)を1.0%、グリセリン脂肪酸エステル(品名:エマルジーMS:理研ビタミン(株)製)を0.5%添加溶解した。溶解終了後、油相の温度を20℃にすべく温調した。

(水相の調整) 水30部を60℃に加熱し、ケミスターラーで攪拌(620rpm)しながらHLB=11のポリグリセリン脂肪酸エステル(品名:SYグリスター, TS-750:坂本薬品工業(株)製)を1.0%添加溶解した。溶解終了後、水相の温度を20℃にすべく温調した。

(W/O型エマルジョンの調整) 前記のようにして調整された油相部に、水相部を徐々に添加し、ホモミキサーで10分間攪拌(3000rpm)する。攪拌終了後、10分間真空にて脱気を行ない、W/O型エマルジョンを得た。このエマルジョンの粒径測定結果を表1に、乳化安定性を図1に、また粒径分布を図6に示す。

【0035】実施例6

(油相の調整) とうもろこし油30部を60℃に加熱し、ケミスターラーで攪拌(620rpm)しながら、これにポリグリセリン縮合リシノレイン酸エステル(品名:SYグリスター, CR-500:坂本薬品工業(株)製)を2.0%添加溶解した。溶解終了後、油相の温度を20℃にすべく温調した。

(水相の調整) 水70部を60℃に加熱し、ケミスターラーで攪拌(620rpm)しながらHLB=15のポリグリセリン脂肪酸エステル(品名:SYグリスター, ML-750:坂本薬品工業(株)製)を2.0%添加溶解した。溶解終了後、水相の温度を20℃にすべく温調した。

(予備乳化O/W型エマルジョンの調整) 調整された水相部に、調整された油相部を徐々に添加し、ホモミキサーで5分間攪拌(3000rpm)する。攪拌終了後、10分間静置して脱気を行なう。

(O/W型エマルジョンの作成) 予備乳化されたO/W型エマルジョンを外径47.0mm、厚さ35.0 $\mu\text{m}$ 、平均孔径 $d_p=0.5\mu\text{m}$ の多孔質膜(親水性PTFE(ポリテトラフルオロエチレン)タイプメンブランフィルター:東洋濾紙(株)製)に圧力1.0kg/cm<sup>2</sup>、500cc/3hrの平均通過速度で通過させO/W型エマルジョンを得た。粒径測定結果を表2、乳化安定性を図7、粒径分布を図8に示す。

【0036】

【表2】



粒径（平均）測定結果

	(A) 多孔質膜径 ( $\mu\text{m}$ )	(B) 予備乳化エマルジョン の平均粒径 ( $\mu\text{m}$ )	(C) エマルジョンの 平均粒径 ( $\mu\text{m}$ )	(B)/(A)	(C)/(A)
実施例 6	0.5	9.8	1.4	19.6	2.8
比較例 6	—	—	9.8	—	—
実施例 7	1.0	9.4	2.4	9.4	2.4
比較例 7	—	—	9.4	—	—

【0037】比較例 6

（油相の調整）とうもろこし油 30 部を 60℃に加熱し、ケミスターラーで攪拌（620rpm）しながら、これにポリグリセリン縮合リシノレイン酸エステル（品名：SYグリスター，CR-500：坂本薬品工業（株）製）を 2.0%添加溶解した。溶解終了後、油相の温度を 20℃にすべく温調した。

（水相の調整）水 70 部を 60℃に加熱し、ケミスターラーで攪拌（620rpm）しながら HLB=15 のポリグリセリン脂肪酸エステル（品名：SYグリスター，ML-750：坂本薬品工業（株）製）を 2.0%添加溶解した。溶解終了後、水相の温度を 20℃にすべく温調した。

（O/W型エマルジョンの作成）調整された水相部に、調整された油相部を徐々に添加し、ホモミキサーで 5 分間攪拌（3000rpm）する。攪拌終了後、10 分間静置して脱気を行ない、O/W型エマルジョンを得た。粒径測定結果を表 2、乳化安定性を図 7、粒径分布を図 8 に示す。

【0038】実施例 7

（油相の調整）とうもろこし油 30 部を 60℃に加熱し、ケミスターラーで攪拌（620rpm）しながら、レシチン（味の素（株）製）を 1.0%添加溶解した。溶解終了後、油相の温度を 20℃にすべく温調した。

（水相の調整）水 70 部を 60℃に加熱し、ケミスターラーで攪拌（620rpm）しながら HLB=15 のポリグリセリン脂肪酸エステル（品名：SYグリスター，ML-750：坂本薬品工業（株）製）を 2.0%添加溶解した。溶解終了後、水相の温度を 20℃にすべく温調した。

（予備乳化 O/W型エマルジョンの調整）調整された水相部に、調整された油相部を徐々に添加し、ホモミキサーで 10 分間攪拌（5000rpm）する。攪拌終了後、10 分間静置して脱気を行なう。

（O/W型エマルジョンの作成）予備乳化された W/O 型エマルジョンを外径 47.0mm、厚さ 35.0 $\mu$

m、平均孔径  $d_p=1.0\mu\text{m}$  の多孔質膜（親水性 PTFE（ポリテトラフルオロエチレン）タイプメンブランフィルター：東洋濾紙（株）製）に圧力 1.5kg/cm<sup>2</sup>、500cc/2hr の平均通過速度で通過させ O/W型エマルジョンを得た。粒径測定結果を表 2、乳化安定性を図 7、粒径分布を図 9 に示す。

【0039】比較例 7

（油相の調整）とうもろこし油 30 部を 60℃に加熱し、ケミスターラーで攪拌（620rpm）しながら、これにレシチン（味の素（株）製）を 1.0%添加溶解した。溶解終了後、油相の温度を 20℃にすべく温調した。

（水相の調整）水 70 部を 60℃に加熱し、ケミスターラーで攪拌（620rpm）しながら HLB=15 のポリグリセリン脂肪酸エステル（品名：SYグリスター，ML-750：坂本薬品工業（株）製）を 2.0%添加溶解した。溶解終了後、水相の温度を 20℃にすべく温調した。

（O/W型エマルジョンの作成）調整された水相部に、調整された油相部を徐々に添加し、ホモミキサーで 10 分間攪拌（5000rpm）する。攪拌終了後、10 分間静置して脱気を行ない、O/W型エマルジョンを得た。粒径測定結果を表 2、乳化安定性を図 7、粒径分布を図 9 に示す。

【0040】以上の実施例 1～7 および比較例 1～7 で得られたエマルジョンに関する乳化安定性および平均粒径の測定結果から明らかなように、本発明方法により予め予備乳化したエマルジョンを多孔質膜に通過させることで再乳化して得られた実施例 1～7 のエマルジョンは、多孔質膜を用いた再乳化を行わない比較例 1～7 のエマルジョンに較べて、その乳化安定性が格段に改善されるとともに、エマルジョンの粒子径が小さく、かつその分布幅が狭くて均一な粒子径のエマルジョンとなっている。

【0041】

【発明の効果】以上のように、本発明によれば、急激な

粘度上昇等を伴うことなく、エマルジョン粒子径が均一化された乳化油脂組成物を提供することが出来る。また、用いる多孔質膜の孔径を適宜選択することで、該孔径の1～3倍の平均粒子径にコントロールすることができる。かくして、粒子径の分布に起因する水相および油相の分離、衛生上の問題を解消することが出来、従来にない物性、食感、風味を有したエマルジョンが得られる。

【図面の簡単な説明】

【図1】 エマルジョンの乳化安定性測定結果を示すグラフ

【図2】 エマルジョンの粒径分布測定結果を示すグラフ

【図3】 エマルジョンの粒径分布測定結果を示すグラフ

フ

【図4】 エマルジョンの粒径分布測定結果を示すグラフ

【図5】 エマルジョンの粒径分布測定結果を示すグラフ

【図6】 エマルジョンの粒径分布測定結果を示すグラフ

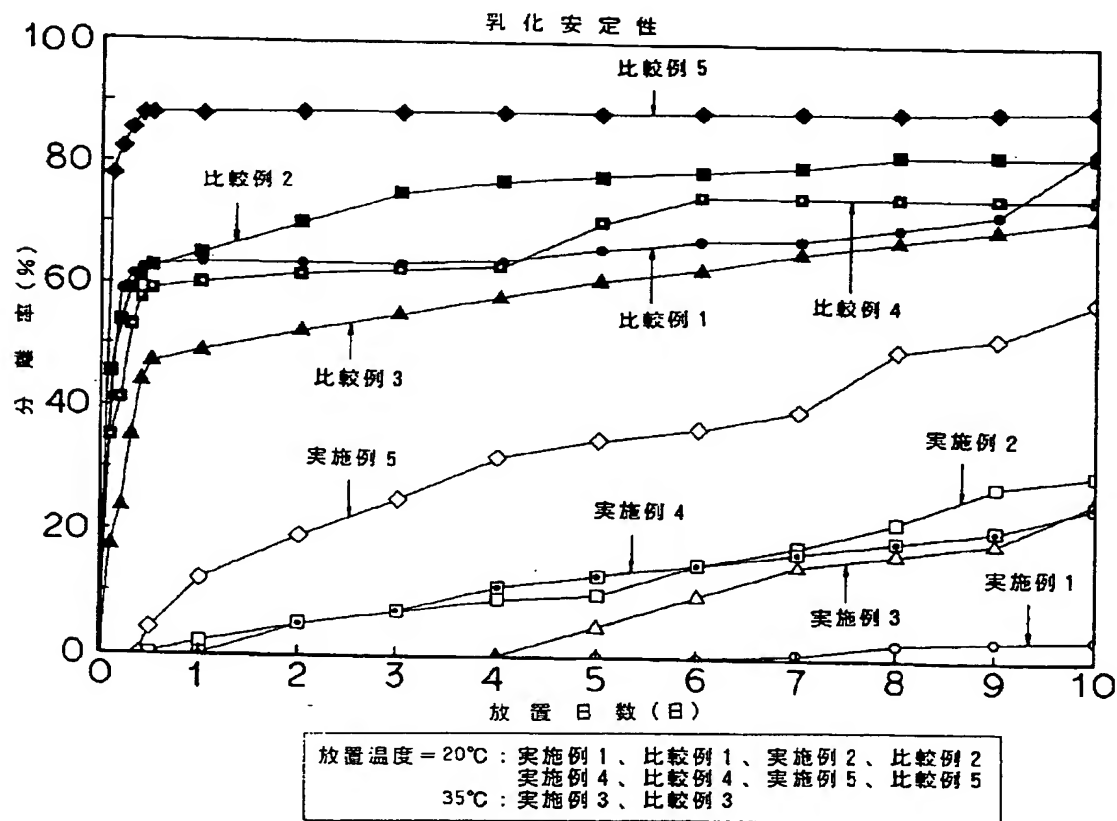
【図7】 エマルジョンの乳化安定性測定結果を示すグラフ

【図8】 エマルジョンの粒径分布測定結果を示すグラフ

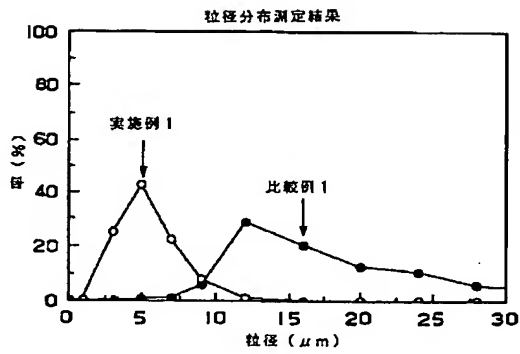
【図9】 エマルジョンの粒径分布測定結果を示すグラフ

フ

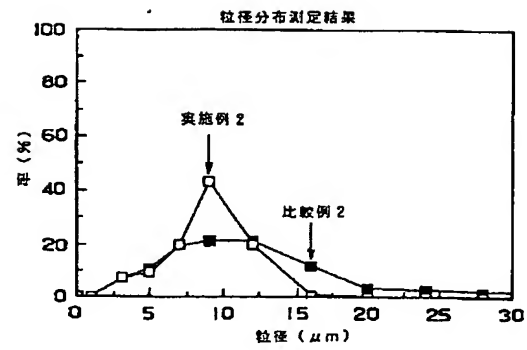
【図1】



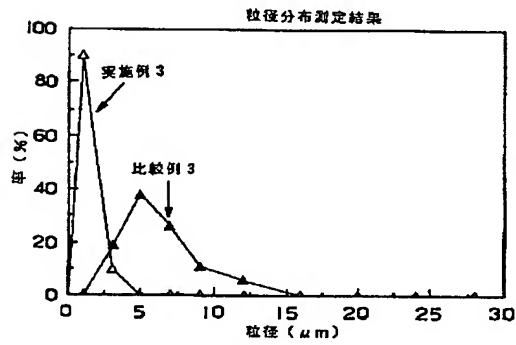
【図2】



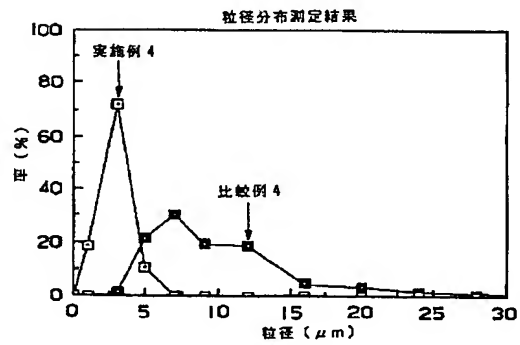
【図3】



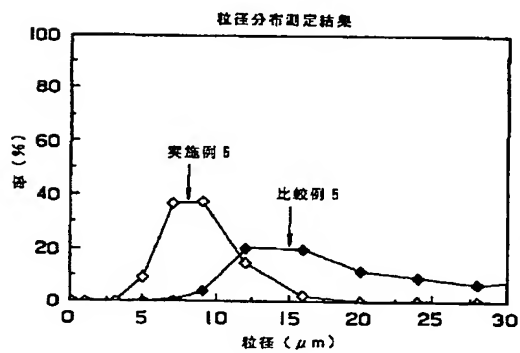
【図4】



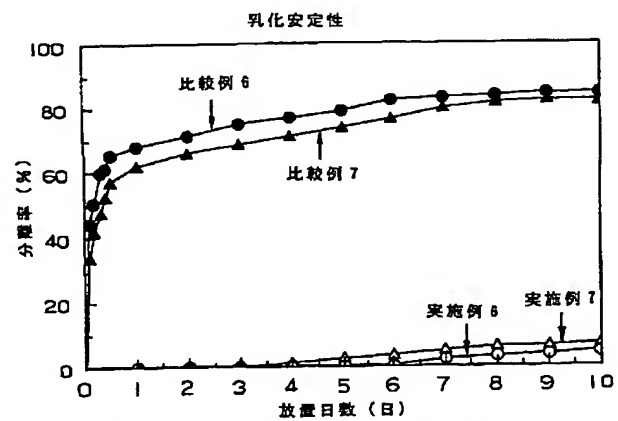
【図5】



【図6】

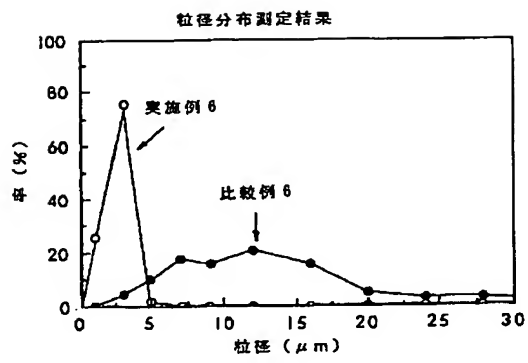


【図7】



放置温度 = 20℃ : 実施例 6、比較例 6、実施例 7、比較例 7

【图8】



【图9】

